



18 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

12 **Offenlegungsschrift**
10 **DE 100 25 167 A 1**

31 Int. Cl. 7:
C 25 B 11/12
C 25 B 11/02
C 25 B 1/13

27 Aktenzeichen: 100 25 167.6
22 Anmeldetag: 24. 5. 2000
31 Offenlegungstag: 6. 12. 2001

17 Anmelder:
Schulze, Dirk, 53113 Bonn, DE; Beyer, Wolfgang,
53359 Rheinbach, DE

70 Vertreter:
Müller-Gerbes, M., Dipl.-Ing., Pat.-Anw., 53225
Bonn

17 Erfinder:
Schulze, Dirk, 53113 Bonn, DE; Beyer, Wolfgang,
53359 Rheinbach, DE; Stucki, Samuel, Dr.,
Nussbaumen, CH

50 Entgegenhaltungen:
DE 196 06 606 C2
DE 299 16 126 U1
DE 295 04 323 U1
US 59 61 719
US 59 00 127
EP 09 49 205 A1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt
54 Elektrode für die elektrolytische Erzeugung von Ozon und/oder Sauerstoff, diese enthaltende Elektrolysezelle
sowie Verfahren zur Herstellung einer solchen Elektrode

57 Die Erfindung betrifft eine Elektrode für die elektrolytische Erzeugung von Ozon und/oder Sauerstoff, umfassend einen elektrisch leitfähigen Elektrodenkörper mit einer Kontaktseite und einer Aktivseite und einer auf die Aktivseite aufgetragenen Beschichtung auf Basis von elektrisch leitfähigem Diamant, wobei der Elektrodenkörper mit Durchbrechungen ausgebildet ist. Die Erfindung betrifft ferner eine Elektrolysezelle mit einer solchen Elektrode sowie ein Verfahren zur Herstellung einer solchen Elektrode.

DE 100 25 167 A 1

DE 100 25 167 A 1

[0001] Die Erfindung betrifft eine Elektrode für die elektrolytische Erzeugung von Ozon und/oder Sauerstoff, z. B. in einer Elektrolysezelle mit Polymer-Elektrolyt-Membran. Die Erfindung umfaßt ferner eine Elektrolysezelle zur elektrolytischen Erzeugung von Ozon und/oder Sauerstoff mit in einem mehrteiligen Gehäuse angeordneter Feststoff-Elektrolyt-Membran, die in direktem Kontakt mit als Anode und Kathode ausgebildeten Elektroden-elementen steht sowie ein Verfahren zur Herstellung einer Elektrode.

[0002] Die Erzeugung von konzentrierten Ozon-Sauerstoffgemischen an der Anode einer Polymer-Elektrolyt-Membran-Zelle (PEM) ist seit langer Zeit bekannt, wozu beispielsweise auf die DE 196 06 606 C1 verwiesen wird. Die Ozonentwicklung findet in diesen Zellen an Elektroden mit einer Schicht aus PbO_2 statt. Die Zellen werden mit Reinstwasser gespeist und in diesem Medium ist PbO_2 über lange Zeit stabil. Stabilitätsprobleme gibt es jedoch mit PbO_2 -Anoden, wenn das Anodenpotential unterhalb der Stabilitätsgrenze von PbO_2 fällt, die bei 1,8 V gegen die reversible Wasserstoffelektrode liegt, oder wenn im Speisewasser der Zelle Stoffe gelöst sind, welche die PbO_2 -Schicht chemisch zerstören können, wie zum Beispiel Wasserstoffperoxid.

[0003] Anlagen zur Erzeugung von Ozon und/oder Sauerstoff nach dem PEM-Verfahren müssen aus diesem Grund mit einer Schutzspannungsrichtung ausgerüstet sein, die ständig das Anodenpotential oberhalb der Stabilitätsgrenze von PbO_2 hält und sind darüber hinaus nicht geeignet für den Einsatz in Peroxiden enthaltenden Medien.

[0004] Seit einigen Jahren ist bekannt, daß mit Bor dotierte Filme aus Diamant auf geeigneten Substraten elektrochemisch über einen großen Potentialbereich in wässrigen Medien stabil sind. Insbesondere ist auch bekannt, daß solche Elektroden eine hohe Überspannung für die Sauerstoffentwicklung aufweisen und daher als Anoden für die Ozonerzeugung in Frage kommen. ("Electrochemical Behavior of Synthetic Boron-Doped-Diamond Thin Film Anodes", D. Gandini, P.-A. Michaud, I. Duo, E. Mahe, W. Haenni, A. Perret, C. Cominelli; New Diamond and Frontier Carbon Technology Vol. 9 No. 5 (1999) pp 303-316).

[0005] Der Einsatz von mit einem elektrisch leitfähigen Diamant überzogenen Elektrodenmaterialien in einer Elektrode für Elektrolyszwecke ist beispielsweise in der US 5,900,127 beschrieben.

[0006] Die Herstellung einer Beschichtung auf Basis einer Diamantschicht auf einem Substrat wie einem Silizium-Wafer ist beispielsweise aus der US-A-5961719 bekannt.

[0007] Wichtig für die anodische Langzeitstabilität von Diamantelektroden, d. h. mit einer Beschichtung auf Basis von leitfähigem Diamant versehenen Elektroden ist die Stabilität der Grenzfläche zwischen dem Diamantfilm und einem leitenden Substrat. Beste Ergebnisse wurden bisher mit p-dotiertem monokristallinem Silizium erhalten, wogegen Filme auf Basis von Titan oder anderen metallischen Substraten oft Grenzflächenoxidation zeigen.

[0008] Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, eine Elektrode der eingangs genannten Art vorzuschlagen, die eine besonders hohe Stabilität ohne Gefahr der Grenzflächenoxidation aufweist, weiterhin idealerweise ohne Anbringung einer Schutzspannung einen intermittierenden Betrieb der Elektrolysezelle ermöglicht, wobei die solchermassen gebildete Elektrode in handelsüblichen Elektrolysezellen zur Herstellung von Ozon und/oder Sauerstoff ohne größere Anpassungsschwierigkeiten einsetzbar sein soll.

[0009] Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß durch Ausgestaltung einer Elektrode gemäß den Merkmalen des Pa-

tentanspruches 1 gelöst. Vorteilhafte Ausgestaltungen und Weiterbildungen der erfindungsgemäßen Elektrode sind in den Unteransprüchen angegeben.

[0010] Erfindungsgemäß wird vorgeschlagen, daß die Elektrode einen elektrisch leitfähigen Elektrodenkörper mit einer Kontaktseite und einer Aktivseite und eine auf die Aktivseite aufgetragene Beschichtung auf Basis von elektrisch leitfähigem Diamant aufweist, wobei der Elektrodenkörper mit Durchbrechungen ausgebildet ist. Auf diese Weise kann die solchermassen erfindungsgemäß ausgestaltete Elektrode ohne größere Anpassungsschwierigkeiten in handelsüblichen und an sich bekannten Elektrolysezellen eingesetzt werden, da sie eine den Gas- und Wassertransport innerhalb der Elektrolysezelle sicherstellende Porenstruktur aufgrund der Durchbrechungen aufweist.

[0011] Vorteilhaft ist der Elektrodenkörper aus einem hochdotierten mono- oder polykristallinen Silizium hergestellt, kann jedoch nach weiterer Ausgestaltung der Erfindung auch auf Basis der sogenannten Ventilmetalle, d. h. Titan, Zirkonium, Wolfram, Niob oder Tantal hergestellt werden.

[0012] Als Beschichtung für die Aktivseite des Elektrodenkörpers ist insbesondere ein mit Fremdatomen dotierter Diamant besonders vorteilhaft, der beispielsweise nach dem PVD-Verfahren auf dem Elektrodenkörper erzeugt werden kann. Als Fremdatome, die die Leitfähigkeit der Diamantbeschichtung sicherstellen, können insbesondere Bor oder Phosphor vorgesehen werden.

[0013] Um eine gute Leistung der erfindungsgemäß vorgeschlagenen Elektrode zu gewährleisten, nehmen die Stege auf der Aktivseite etwa 30 bis 70% der Gesamtlänge der Aktivseite des Elektrodenkörpers ein, so daß ein effektiver Gas und Wassertransport erzielt wird. Erfindungsgemäß werden bevorzugt kleinste Durchbrechungen nach Art von Mikrostrukturen in dem Elektrodenkörper erzeugt, wobei verschiedene Methoden für die Erzeugung durchgehender Durchbrechungen in dem Elektrodenkörper, der beispielsweise aus Silizium hergestellt ist, denkbar sind.

[0014] In einer bevorzugten Ausgestaltung der Erfindung wird hierzu vorgeschlagen, die Durchbrechungen durch Erodieren mit einem entsprechenden Spezialwerkzeug herzustellen.

[0015] Hierfür ist insbesondere vorgesehen, daß die Durchbrechungen im Elektrodenkörper als längliche parallele Schlitzte ausgebildet sind und zwischen benachbarten Schlitzten Stege ausgebildet sind. Die Schlitzte und Stege weisen hierbei vorteilhaft gleiche Breiten auf, wobei die Stege bevorzugt eine Breite von max. 1000 µm, vorzugsweise 50 bis 500 µm aufweisen, so daß gewährleistet ist, daß genügend Wasser die Stege umspülen kann und bei Anlage der Kontaktfläche an einer Polymerelektrolytmembran eine ausreichende Diffusion des Wassers an die Aktivfläche sichergestellt werden kann.

[0016] Generell ist bevorzugt, einen Elektrodenkörper mit Durchbrechungen in Form von kleinsten Mikrostrukturen zu erzeugen, die eine möglichst große Fläche der Stege für die Anlage an einer Membran bei möglichst kleinen Stegbreiten gewährleistet.

[0017] Um die Stabilität dieser feinsten schlitzförmigen Durchbrechungen und der diese begrenzenden Stege zu gewährleisten, sind vorteilhaft die Durchbrechungen bildenden Schlitzte des Elektrodenkörpers auf der Kontaktseite desselben bereichsweise unter Ausbildung von Verbindungsbereichen unterbrochen ausgebildet, wobei die Verbindungsbereiche die jeweils einen Schlitz begrenzenden Stege miteinander verbinden und ein Verbiegen bzw. Brechen einzelner Stege unterbinden.

[0018] Vorteilhaft werden die Durchbrechungen unter Be-

lassung der Stege und Verbindungsbereiche in einem einzigen Arbeitsgang mit einem entsprechend ausgebildeten Erodierwerkzeug in den Elektrodenkörper eingebracht, so daß eine außerordentlich effektive Herstellung des erfindungsgemäßen Elektrodenkörper gewährleistet ist.

[0019] Die Verbindungsbereiche können beispielsweise in linienförmiger Anordnung und quer zur Längserstreckung der Schlitz in diesen ausgebildet sein, jedoch sind auch andere Anordnungen der Verbindungsbereiche denkbar, beispielsweise eine rasterförmige Anordnung der Verbindungsbereiche auf der Kontaktseite des Elektrodenkörpers, z. B. nach Art von rastermäßig verteilten Flecken.

[0020] Auch ist es möglich, die Durchbrechungen anstelle von Schlitz in Form einer Vielzahl rasterförmig angeordneter Bohrungen auszubilden, die ebenfalls in einem Arbeitsgang mit einem entsprechenden Erodierwerkzeug in die Elektrode erodiert werden können.

[0021] Der Elektrodenkörper ist vorteilhaft kreisseibenförmig nach Art eines Wafers ausgebildet, wie er z. B. aus der Halbleiterfertigung bekannt ist.

[0022] Zur Schaffung eines guten Kontaktüberganges kann die Kontaktseite des Elektrodenkörpers zudem mit einer Beschichtung auf Basis von beispielsweise Golditaniit versehen sein.

[0023] Eine erfindungsgemäß ausgestaltete Elektrolysezelle zur elektrolytischen Erzeugung von Ozon und/oder Sauerstoff mit in einem mehrteiligen Gehäuse angeordneter Feststoff-Elektrolyt-Membran, die in direktem Kontakt mit als Anode und Kathode ausgebildeten Elektrodenelementen steht, zeichnet sich durch Ausbildung der Anode aus einer solchen vorangehend erläuterten Elektrode aus, wobei die Aktivseite derselben an der Feststoff-Elektrolyt-Membran anliegt.

[0024] Vorteilhaft kann die Elektrolysezelle einen zumindest in Teilbereichen wasserdurchlässigen Anodenandruckkörper, gegebenenfalls mit einer Anpressvorrichtung für die Anode aufweisen und die die Anode bildende Elektrode ist mit ihrer Kontaktseite an dem Anodenandruckkörper anliegend positioniert und stellt einen Ohmschen Kontakt zum Anodenandruckkörper her.

[0025] Je nach Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Elektrolysezelle kann der Anodenandruckkörper integral an der Kontaktseite der Elektrode angeformt sein, wenn diese über eine ausreichende Materialstärke verfügt.

[0026] Es ist auch möglich, als Anodenandruckkörper beispielsweise einen auf der der Anode zugewandten Seite geschlitz ausgebildeten metallischen Stempel oder einen aus einem metallischen Sintermaterial gefertigten Block oder auch ein Streckmetall oder Drahtgewebe vorzusehen, die sämtlich eine wasserdurchlässige metallische Struktur aufweisen. Vorteilhaft ist der Elektrodenandruckkörper aus Titan oder einem anderen oxidaionsbeständigen, elektrisch leitfähigen Material gefertigt und die Stromzuführung ist so gestaltet, daß sie in einer für die Anwendung typischen Elektrolysezelle unter Verwendung der erfindungsgemäßen Elektrode eingesetzt werden kann.

[0027] Selbstverständlich sind auch andere Anpressvorrichtungen für die Anode auf die Polymer-Elektrolyt-Membran denkbar wie auch Anpressvorrichtungen auf die auf der anderen Seite der Membran liegende Kathode, vorzugsweise aus mikroporöser Bronze oder aus Kohlenstoff gefertigt.

[0028] Das Verfahren zum Herstellen einer erfindungsgemäßen Elektrode wie sie vorangehend beschrieben worden ist, zeichnet sich dadurch aus, dass in einem ersten Schritt in einen massiven Elektrodenkörper die Durchbrechungen mittels Erodieren mit einem Erodierwerkzeug eingebracht werden und vor oder nach dem Erodieren die Beschichtung

der Aktivseite mit einem elektrisch leitfähigen Diamant nach dem PVD-Verfahren erzeugt wird. In diesem PVD-Verfahren kann neben der Erzeugung des Diamants auch die Einbringung der Fremdatome erfolgen, die dem solchermassen erzeugten künstlichen Diamant seine elektrische Leitfähigkeit verleiht.

[0029] Es hat sich gezeigt, daß die im PVD-Verfahren auf einen beispielsweise auf Basis von Silizium gefertigten Elektrodenkörper aufgetragene Diamantschicht außerordentlich oxidaionsbeständig, temperaturleitend und stromleitend ist.

[0030] Die Kombination eines Elektrodenkörpers auf Basis von mono- oder polykristallinem Silizium mit einer nach dem PVD-Verfahren aufgetragenen elektrisch leitfähigen und äußerst dünnen Diamantschicht ist besonders vorteilhaft, da die Siliziumkristallstruktur des Elektrodenkörpers in ihren Eigenschaften der des Diamant sehr ähnlich ist, so daß bei der Diamanterzeugung nach dem PVD-Verfahren ein besonders homogenes und gutes Kristallwachstum auf dem Silizium-Elektrodenkörper erzielt werden kann. Dies schlägt sich einer ausserordentlich hohen Stabilität der erfindungsgemäßen Elektrode nieder, die überraschenderweise einen intermittierenden Betrieb der Zelle ohne Anbringung von Schutzspannungen oder dergleichen ermöglicht.

[0031] Die erzielbare Stromausbeute für die Produktion von Ozon innerhalb einer Elektrolysezelle liegt bei mindestens 15%. Die erfindungsgemäß ausgebildete Elektrode wird als Anode von Peroxiden im Speisewasser nicht angegriffen und ist somit langzeitaustalt.

[0032] Eine weitere Möglichkeit der Herstellung der erfindungsgemäßen Elektrode, wenn diese mit einem Elektrodenkörper auf Basis von Silizium hergestellt wird, ist es, in einem ersten Schritt einen Silizium-Wafer nach dem aus der Halbleiterherstellung bekannten lithographischen Verfahren mit einem die Durchbrechungen abbildenden Muster zu belichten und nachfolgend die Durchbrechungen durch Ätzen in den Elektrodenkörper einzubringen und schließlich die Beschichtung der Aktivseite des Elektrodenkörpers mit einem elektrisch leitfähigen Diamant nach dem PVD-Verfahren durchzuführen.

[0033] Ein solches fotografisches Belichtungs- und Ätzverfahren erlaubt die Herstellung der erfindungsgemäßen Elektroden in besonders hohen Stückzahlen zu niedrigen Kosten, was insbesondere für eine großtechnische Serienproduktion sinnvoll erscheint.

[0034] Auch ist es in einer weiteren alternativen Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens möglich, die Durchbrechungen mittels Laserstrahlen in einen massiven Elektrodenkörper einzubringen, wenn dieser aus einem entsprechend geeigneten Material, z. B. Niob, Tantal gebildet ist.

[0035] Die erfindungsgemäß vorgeschlagene Elektrode eignet sich insbesondere für den Einsatz in Elektrolysezellen zur elektrolytischen Erzeugung von Ozon und/oder Sauerstoff. Für solche Elektrolysezellen sind eine Vielzahl von Anwendungen, wie zum Beispiel in der Dialyse oder auch für Kleinanwendungen zum Keimfrei machen von Wasser oder zur Algenverbrühtung in Teichen etc. denkbar. Hierbei kommt insbesondere zum Tragen, daß eine erfindungsgemäß ausgebildete Elektrode keine Schutzspannung benötigt und einen intermittierenden Betrieb ermöglicht, d. h. bei Bedarf stets betriebsbereit ist und aufs Neue anspringt.

[0036] Die Erfindung wird nachfolgend anhand eines Ausführungsbeispiels in der Zeichnung näher erläutert. Es zeigen:

[0037] Fig. 1 die Aufsicht auf eine erfindungsgemäße Elektrode

[0038] Fig. 2 den Schnitt durch den erfindungsgemäße

Elektrode entlang der Linien A1-A1 in Fig. 1

[0039] Fig. 3 in vergrößerter ausschnittsweise Darstellung die Einzelheit XX in Fig. 2

[0040] Fig. 4 einen Schnitt entlang der Linie B1-B1 durch die Elektrode gemäß Fig. 1 in vergrößerter Darstellung

[0041] Fig. 5 in schematischer Darstellung den Aufbau einer Elektrolysezelle mit der erfindungsgeßen Elektrode

[0042] Fig. 6 ein weiteres Ausführungsbeispiel eines Elektrodenandruckkörpers für eine Elektrolysezelle gemäß Fig. 5

[0043] In der Fig. 1 ist eine Elektrode in der Aufsicht dargestellt, wie sie beispielsweise für die elektrolytische Erzeugung von Ozon und/oder Sauerstoff verwendet werden kann.

[0044] Wie sich auch in weiteren Einzelheiten aus den Schnittdarstellungen gemäß Fig. 2, 3 und 4 ergibt, besteht die Elektrode aus einem Elektrodenkörper 1 beispielsweise auf Basis von Silizium, der nach Art eines Wafers eine kreisförmige Gestalt mit planen Oberflächen aufweist. Die in der Fig. 1 in der Aufsicht dargestellte Oberseite wird auch als Aktivseite 10 des Elektrodenkörpers bezeichnet, während die in der Fig. 1 nicht sichtbare Unterseite als Kontaktseite 11 bezeichnet wird.

[0045] Bei Einsatz in einer Elektrolysezelle ist die Aktivseite 10 zur Anlage an einer Membran vorgesehen, während die Kontaktseite 11 die Verbindung zu einer Spannungsquelle herstellt, was nachfolgend noch näher beschrieben wird.

[0046] Auf die Aktivseite 10 des Elektrodenkörpers ist beispielsweise nach dem PVD-Verfahren eine Beschichtung 100 auf Basis eines elektrisch leitfähigen Diamantes in einer Schichtdicke von einigen wenigen µm aufgetragen. Der Diamant erhält seine elektrische Leitfähigkeit beispielsweise durch Einlagerung von Fremdatomen auf Basis von Bor oder Phosphor während des PVD-Ablagerungsvorganges auf dem Silizium-Elektrodenkörper 1.

[0047] Der Elektrodenkörper 1 ist ferner von einer Vielzahl feiner Durchbrechungen in Gestalt von sich parallel zueinander in einer einzigen Richtung erstreckenden Schlitzten 13 durchsetzt, die sich durchgängig von der oberen Aktivseite 10 zur unteren Kontaktseite 11 erstrecken, so daß im Querschnitt betrachtet sich eine kammartige Struktur des Elektrodenkörpers 1 ergibt. Diese Schlitzte 13 werden beispielsweise durch Erodieren mit einem speziellen Erodierwerkzeug in einem einzigen Arbeitsgang hergestellt.

[0048] Die einzelnen Schlitzte 13 sind durch Stege 12, die beim Erodiervorgang der Schlitzte 13 ausgespart worden sind, voneinander abgeteilt, wobei sich auch die Stege 12 stets parallel zueinander und in gleicher Richtung wie die Schlitzte 13 erstrecken. Die Breite B12 gemäß Fig. 3 der Stege 12 liegt beispielsweise im Bereich von 50 bis 500 µm und entspricht der Breite der Schlitzte 13, die die Durchbrechungen durch den Elektrodenkörper 1 bilden. Die Schlitzte 13 und Stege 12 werden von einem umlaufenden Randbereich 16 des Elektrodenkörpers 1 begrenzt bzw. enden in diesem.

[0049] Bei Verwendung einer solchen in den Fig. 1 bis 4 dargestellten Elektrode innerhalb einer Elektrolysezelle ist es demnach möglich, diese mit ihrer elektrisch leitfähigen und chemisch außerordentlich stabilen Aktivseite 10 an einer Polymer-Elektrolyt-Membran zur Anlage zu bringen, wobei Speisewasser der Elektrolysezelle durch die Durchbrechungen, d. h. die Schlitzte 13 in der in der Fig. 3 mit Pfeilen angedeuteten Weise von der Kontaktseite 11 zur Aktivseite 10 strömen kann. Die Ausbildung der Stege 12 in der angegebenen Breite B12 von vorzugsweise 50 bis 500 µm, maximal bis 1000 µm gewährleistet hierbei, daß an der Aktivseite 10 das Speisewasser die Stege auch im Anlagebereich

der hier nicht dargestellten Polymer-Elektrolyt-Membran durch Diffusion umspülen kann.

[0050] Um ferner dauerhaft die Struktur des Elektrodenkörpers 1 mit der Vielzahl von einzelnen Stegen 12 voneinander abgeteilten Durchbrechungen in Form von Schlitzten 13 aufrecht zu erhalten, sind im Bereich der Kontaktseite 11 ferner die Durchbrechungen bereichsweise unterbrochen, wodurch Verbindungsbereiche 14 ausgebildet werden, die benachbarte und einen Schlitz 13 begrenzende Stege 12 miteinander verbinden, um ein Verbiegen oder Ausbrechen einzelner Stege 12 zu verhindern. Im Bereich der Verbindungsbereiche 14 durchdringen die Schlitzte 13 den Elektrodenkörper 1 nicht, sondern weisen in diesem Bereich die Gestalt einer Nut auf, wobei der Verbindungsbereich 14 den Nutgrund bildet. Die Verbindungsbereiche 14 sind hierbei bevorzugt, wie insbesondere aus der Fig. 1 ersichtlich in linienförmiger Anordnung in den einzelnen Schlitzten 13 angeordnet, wobei diese linienförmige Anordnung quer zur Längserstreckung der Schlitzte 13 und Stege 12 verläuft. Auch diese Verbindungsbereiche 14 können während des Erodiervorganges zur Herstellung der Schlitzte 13 und Stege 12 integral mit aus dem Elektrodenkörper 1 ausgespart werden, in dem das Erodierwerkzeug in diesen Bereichen ausgehend von der Aktivseite 10 den Elektrodenkörper 1 nicht vollständig durchdringt, sondern nur bis zu einer gewissen Tiefe vordringt, so daß die Verbindungsbereiche 14 auf der Kontaktseite 11 im Elektrodenkörper 1 zurückbleiben.

[0051] Die Stege 12 nehmen auf der Aktivseite 10 etwa 50% der Gesamtfläche der Aktivseite 10 ein.

[0052] Die Elektrode weist vorteilhaft ebene Flächen auf der Aktiv- und Kontaktseite 10, 11 auf, wobei die Verbindungsbereiche 14 an der Kontaktseite 11 bündig mit den Stegen 12 abschließen.

[0053] Die bereits angesprochene Beschichtung der Aktivseite 10 mit einer elektrisch leitfähigen Beschichtung 100 auf Basis von Diamant kann sowohl vor als auch nach dem Erodieren der Schlitzte 13 und auch dabei erfolgende Ausbildung der Stege 12 und Verbindungsbereiche 14 erfolgen. Wird jedoch das PVD-Verfahren erst nach dem Erodieren durchgeführt, werden die Stege 12 auch im Bereich ihrer einen Schlitz 13 begrenzenden Seitenwände mit einer elektrisch leitfähigen Beschichtung 100 auf Basis von leitfähigem Diamant überzogen, wie aus der Fig. 3 ersichtlich ist.

[0054] Zur Verbesserung der Kontaktierung sowie zur Verhinderung einer Oxidation des beispielsweise aus Silizium hergestellten Elektrodenkörpers kann die Kontaktseite 11 ferner mit einem Überzug oder einer Beschichtung 110 z. B. auf Basis von Goldnitrat versehen sein, die auch eine Verbesserung des Übergangswiderstands auf den Elektrodenkörper 1 bewirkt.

[0055] Eine Elektrolysezelle, in welcher die vorangehend beschriebene Elektrode zur elektrolytischen Erzeugung von Sauerstoff und/oder Ozon eingesetzt werden kann, ist in der Fig. 5, schematisch dargestellt. Der Aufbau einer solchen Elektrolysezelle ist beispielsweise in der DE 295 04 323 U beschrieben, auf deren Offenbarungsgesamt ausdrücklich Bezug genommen wird.

[0056] Bei der in der Fig. 5 schematisch dargestellten elektrochemischen Zelle bzw. Elektrolysezelle zur Erzeugung von Ozon bzw. Ozon-Sauerstoffgemisch ist eine poröse Kathode 3 vorgesehen, die beispielsweise als Gasdiffusionselektrode ausgeführt sein kann. Derartige Gasdiffusionselektroden sind handelsüblich erhältlich. Die Kathode 3 ist in ihrer Einbauposition, die dann von der in der Fig. 5 in auseinandergezogenem Zustand dargestellten Anordnung abweicht, mit einem Kontaktblock 30 an einer Seite kontaktiert, welcher in die Verbindung zu einer Spannungsquelle herstellt.

[0057] Auf der anderen Seite der Kathode 3 ist eine Membran, beispielsweise eine Polymer-Elektrolyt-Membran auf Basis von perfluorierten Kunststoffen vorgesehen, die zugleich die Elektrolysezelle in einen Anoden- und einen Kathodenteil teilt.

[0058] Auf der anderen Seite der Polymer-Elektrolyt-Membran 4 ist analog zur Kathodenseite ein poröser Anodenandruckkörper 2, beispielsweise auf Basis eines gesinterten Blocks aus Titan vorgesehen, der an seiner der Polymer-Elektrolyt-Membran 4 abgewandten Seite über einen Kontaktblock 20 mit dem weiteren Pol der Spannungsquelle in Verbindung steht. Auf der der Polymer-Elektrolyt-Membran 4 zugewandten Seite des Anodenandruckkörpers 2 ist die vorangehend erläuterte Elektrode, die hier lediglich mit ihrem Elektrodenkörper 1 angedeutet ist, vorgesehen und bildet die eigentliche Anode der dargestellten Elektrolysezelle.

[0059] Mittels geeigneter Anpress Elemente werden die in der Fig. 5 zum besseren Verständnis auseinandergezogen dargestellten Einzelteile gegeneinander gepreßt, so daß auf der Anodenseite die Anode bildende Elektrode 1 über den Anodenandruckkörper 2 und den Kontaktblock 20 und auf der Kathodenseite die Kathode 3 über den Kontaktblock 30 unter Ausübung eines Anpressdruckes an der Polymer-Elektrolyt-Membran 4 anliegen.

[0060] Die Ausrichtung der die Anode bildende Elektrode 1 ist hierbei so gewählt, daß die Aktivseite 10 unmittelbar an der Polymer-Elektrolyt-Membran 4 anliegt, während die Kontaktseite 11 an dem Anodenandruckkörper 2 anliegt und den Ohmschen Kontakt zur Spannungsquelle über den Anodenandruckkörper und den Kontaktblock 20 herstellt.

[0061] In Betrieb der solchermaßen aufgebauten Elektrolysezelle wird über geeignete Zu- und Abflüsse auf der Anodenseite Reinstwasser H_2O zugeführt, welches den aufgrund seiner Herstellung nach dem Sintverfahren porösen Anodenandruckkörper durchdringen kann. Dieses Reinstwasser gelangt sodann an die die Anode bildende Elektrode 1 und kann diese in der in der Fig. 3 verdeutlichten Weise ausgehend von der Kontaktseite 11 über die Durchbrechungen in Form von Schlitzen 13 durchdringen und zur Polymer-Elektrolyt-Membran 4 gelangen, wo die gewünschte elektrochemische Reaktion stattfindet. Hierbei diffundiert das durch die Schlitze 13 strömende Reinstwasser auch in die Bereiche, in welchen die Stege 12 der Elektrode 1 an der Polymer-Elektrolyt-Membran anliegen und den Kontakt zu dieser herstellen.

[0062] Die auf der Anodenseite entstehenden Reaktionsmedien, nämlich Ozon O_3 und Sauerstoff O_2 können in umgekehrter Weise durch die Schlitze 13 und die im Anodenandruckkörper 2 gebildeten Kanäle über einen geeigneten Abfluß in der mit Pfeil angedeuteten Weise, ggf. zusammen mit nicht umgesetztem Wasser H_2O abgeführt werden.

[0063] Auf der Kathodenseite ist die Zufuhr von Luft sowie die Abfuhr von Luft- und permeierendem Wasser H_2O mittels nicht näher dargestellter Zu- und Abflüsse dargestellt.

[0064] Je nach Ausführungsform der Elektrolysezelle kann hierbei sowohl eine Andruckeinrichtung, wie auf den Anodenandruckkörper und damit auf die die Anode bildende Elektrode einwirkt, wie auch eine Andruckeinrichtung, die auf die poröse Kathode einwirkt, vorgesehen sein, um den erforderlichen Anpressdruck auf die Polymer-Elektrolyt-Membran 4 herzustellen.

[0065] Anstelle des in der Fig. 5 dargestellten Anodenandruckkörpers 2 für die als Anode dienende Elektrode 1 kann auch eine in der Fig. 6 dargestellte Ausführungsform aus einem massiven, elektrisch leitfähigen Stempel z. B. aus Titan verwendet werden, der auf seiner der Elektrode 1 zuge-

wandten Seite mit vorstehenden Stegen 21 unter Ausbildung von Schlitzen 22 für die Zu- und Abfuhr der Reaktionsmedien ausgebildet ist. Ebenfalls kann ein Gewebe auf Basis von Streckmetall oder Draht für den Andruck der die Anode bildenden Elektrode 1 an der Feststoff-Elektrolyt-Membran H vorgesehen werden, welches ebenfalls elektrisch leitfähig ist.

[0066] Die erfindungsgemäße Elektrolysezelle kann aufgrund der Stabilität der als Anode eingesetzten Elektrode, die keine Schutzspannung benötigt und von Peroxiden im Speisewasser nicht angegriffen wird, auch in intermittierendem Betrieb, beispielsweise zur Herstellung von Ozon verwendet werden, welches ein äußerst wirksames Oxidationsmittel darstellt. Dementsprechend ergeben sich vielfältige Anwendungsgebiete in der Chemie und Pharmazie, der Trink-, Mineral-, Schwimmbecken-, Brauch-, Kühl- und Abwasserbereitung, der Entkeimung, Desinfektion und andere, in der Zellstoff-, Papier-, Textildruck- und Kunststoffindustrie, Nahrungsmittelindustrie, Metallurgie, Rohstoffindustrie, Umweltschutz und Ökologie sowie zur Behandlung von Abgasen und Abluft.

[0067] Wesentlicher Vorteil der langzeitstabilen und ohne Schutzspannung stets anspringenden Elektrode ist es, daß diese zum einen in einer Elektrolysezelle ohne aufwendige Anlage von Schutzspannungen fertig vormontiert werden kann, wie auch ein Trockenversand solcher Elektroden als Austausch oder Nachrüstteil ohne weiteres ermöglicht ist.

Patentsprüche

1. Elektrode für die elektrolytische Erzeugung von Ozon und/oder Sauerstoff, umfassend einen elektrisch leitfähigen Elektrodenkörper (1) mit einer Kontaktseite (11) und einer Aktivseite (10) und einer auf der Aktivseite (10) aufgetragenen Beschichtung (100) auf Basis von elektrisch leitfähigem Diamant, wobei der Elektrodenkörper (1) mit Durchbrechungen ausgebildet ist.
2. Elektrode nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Durchbrechungen im Elektrodenkörper (1) in Form von länglichen parallelen Schlitzen (13) ausgebildet sind und zwischen benachbarten Schlitzen (13) Stege (12) ausgebildet sind.
3. Elektrode nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Schlitze (13) und Stege (12) gleiche Breiten aufweisen.
4. Elektrode nach Anspruch 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Stege (12) eine Breite (B12) von maximal 1000 µm, vorzugsweise 50 bis 500 µm aufweisen.
5. Elektrode nach einem der Ansprüche 2 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Durchbrechungen bildenden Schlitze (13) des Elektrodenkörpers (1) auf der Kontaktseite (11) bereichsweise unter Ausbildung von Verbindungsbereichen (14) unterbrochen sind, die die jeweils einen Schlitze (13) begrenzenden Stege (12) miteinander verbinden.
6. Elektrode nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Verbindungsbereiche (14) in linienförmiger Anordnung und quer zur Längserstreckung der Schlitze (13) in diesen ausgebildet sind.
7. Elektrode nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Verbindungsbereiche (14) rasterförmig über der Kontaktseite (11) des Elektrodenkörpers (1) ausgebildet sind.
8. Elektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Durchbrechungen von einer Vielzahl rasterförmig angeordneter Bohrungen in dem Elektrodenkörper (1) gebildet sind.

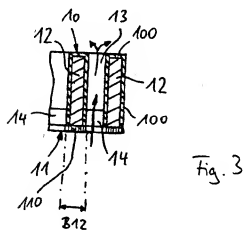
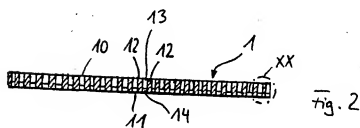
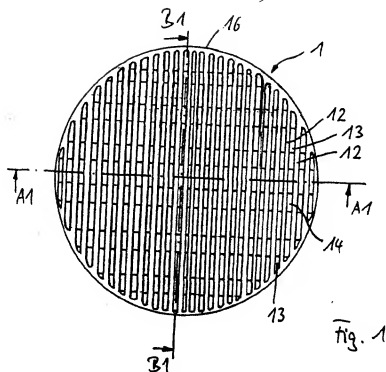
9. Elektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß der Elektrodenkörper (1) kreisscheibenförmig nach Art eines Wafers ausgebildet ist.
10. Elektrode nach einem der Ansprüche 6 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß der Elektrodenkörper (1) aus einem hochdotierten mono- oder polykristallinen Silizium hergestellt ist.
11. Elektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß der Elektrodenkörper (1) auf Basis von Titan, Zirkonium, Wolfram, Niob oder Tantal hergestellt ist.
12. Elektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß mit Fremdatomen dotierter Diamant als Beschichtung (100) auf die Aktivseite (10) des Elektrodenkörpers (1) aufgebracht ist.
13. Elektrode nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß als Fremdatome Bor oder Phosphor vorgesehen sind.
14. Elektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß auf die Kontaktseite (11) des Elektrodenkörpers eine Beschichtung (110) auf Basis von Goldtitanit aufgebracht ist.
15. Elektrolysezelle zur elektrolytischen Erzeugung von Ozon und/oder Sauerstoff mit in einem mehrteiligen Gehäuse angeordneter Feststoff-Elektrolyt-Membran, die in direktem Kontakt mit als Anode und Kathode ausgebildeten Elektrodenelementen steht, gekennzeichnet durch Ausbildung der Anode aus einer Elektrode gemäß einem der Ansprüche 1 bis 14 und Anlage der Aktivseite (10) derselben an der Feststoff-Elektrolyt-Membran.
16. Elektrolysezelle nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß ein Anodenandruckkörper für die Anode vorgesehen ist und die die Anode bildende Elektrode mit ihrer Kontaktseite (11) an dem Anodenandruckkörper anliegt.
17. Elektrolysezelle nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß der Anodenandruckkörper integral an der Kontaktseite (11) der Elektrode angeformt ist.
18. Elektrolysezelle nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß als Anodenandruckkörper ein auf der der Anode zugewandten Seite geschlitzt ausgebildeter metallischer Stempel, ein aus einem metallischen Sintermaterial gefertigter Block oder ein Streckmetall- oder Drahtgewebe vorgesehen ist.
19. Verfahren zum Herstellen einer Elektrode gemäß einem der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß in einen massiven Elektrodenkörper Durchbrechungen (13) mittels Erodieren mit einem Erodierwerkzeug eingebracht werden und vor oder nach dem Erodieren die Beschichtung (100) der Aktivseite (10) des Elektrodenkörpers (1) mit einem elektrisch leitfähigen Diamant nach dem PVD-Verfahren erzeugt wird.
20. Verfahren nach Anspruch 19, dadurch gekennzeichnet, daß sämtliche Durchbrechungen (13), gegebenenfalls unter Belassung von Stegen (12) und/oder Verbindungsbereichen (14) in einem Arbeitsgang in den Elektrodenkörper (1) erodiert werden.
21. Verfahren zum Herstellen einer Elektrode gemäß den Ansprüchen 1 bis 14 mit einem Elektrodenkörper aus mono- oder polykristallinem Silizium, wobei in einem ersten Schritt ein massiver, kreisscheibenförmiger und nach Art eines Wafers aufgebauter Elektrodenkörper (1) nach dem Lithographieverfahren mit einem die Durchbrechungen enthaltenden Muster belichtet wird und nachfolgend die Durchbrechungen durch Ätzen in den Elektrodenkörper eingebracht werden und schließ-

lich die Beschichtung der Aktivseite des Elektrodenkörpers mit einem elektrisch leitfähigen Diamant nach dem PVD-Verfahren erzeugt wird.

22. Verfahren zum Herstellen einer Elektrode gemäß den Ansprüchen 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß die Durchbrechungen mittels Laserstrahlen in den Elektrodenkörper (1) eingebracht werden.

Hierzu 3 Seite(n) Zeichnungen

- Leerseite -



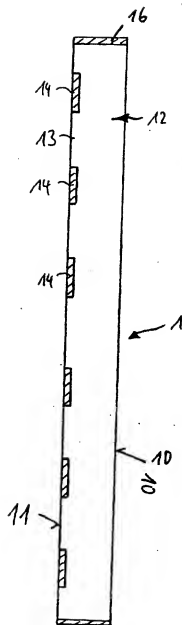


Fig. 4

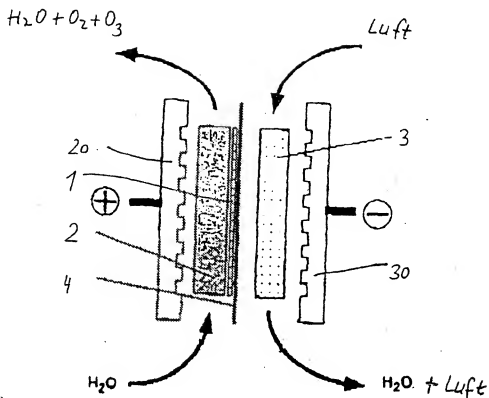


Fig. 5

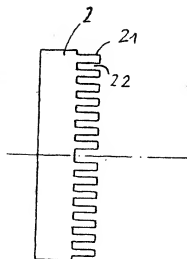


Fig. 6